

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 447 890

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 79 02895

(54) Procédé de fabrication de préformes de fibres optiques à gradient d'indice, et dispositif de mise en œuvre de ce procédé.

(51) Classification internationale (Int. Cl. 3). C 03 B 37/00; G 02 B 5/16.

(22) Date de dépôt 5 février 1979, à 15 h 28 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 35 du 29-8-1980.

(71) Déposant : COMPAGNIE LYONNAISE DE TRANSMISSIONS OPTIQUES, société anonyme,
résidant en France.

(72) Invention de : Jacques Etienne et Georges Comte.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Pierre Picard, 14-16, rue de la Baume, 75008 Paris.

La présente invention concerne un procédé de fabrication de préformes de fibres optiques à gradient d'indice, en particulier à gradient d'indice parabolique.

Depuis que les propriétés de transmission des fibres optiques à faibles pertes ont été mises en évidence, plusieurs méthodes ont été utilisées pour la fabrication de préformes en verre de silice destinées à l'étirage des fibres. L'une de ces méthodes utilise l'hydrolyse dans la flamme d'un chalumeau oxyacétylénique, de composés hydrolysables du silicium, notamment de composés halogénés gazeux de celui-ci, qui, en présence d'oxygène, forment une suie que l'on fait déposer sur un mandrin tournant et qui est vitrifiée ultérieurement et séparée du mandrin pour être étirée. L'autre méthode utilise le dépôt en phase vapeur à l'intérieur d'un tube de silice, de poudre de silice ou de silice dopée qui vient s'agréger sur les parois internes du tube, cette silice étant également due à la décomposition de composés halogénés gazeux du silicium ou d'éléments dopants : germanium, bore, phosphore, etc...

Toutefois, ces deux méthodes ont l'inconvénient de ne donner que des préformes de courte longueur (un mètre au maximum), donc de limiter à quelques kilomètres la longueur de fibres pouvant être étirée à l'aide de ces préformes. Mais, elles permettent par contre, assez facilement, la réalisation de fibres à gradient d'indice dont la grande largeur de bande de fréquences transmissibles est actuellement bien connue.

Plus récemment, des méthodes de fabrication continue de préformes ont été proposées, en particulier par dépôt axial (et non plus radial) de silice ou de silice dopée sur un mandrin de départ, en utilisant notamment l'hydrolyse à la flamme. Toutefois, celle-ci présente le grave inconvénient de laisser subsister des ions OH dans la silice (du fait de la présence d'hydrogène ou de composés hydrogénés dans la flamme), ce qui crée des bandes d'absorption préjudiciables à la transmission du rayonnement infrarouge. On a bien proposé de remplacer l'hydrolyse à la flamme par l'emploi d'un chalumeau à plasma, mais on ne sait pas, dans ce cas, réaliser la gradation d'indices de la silice en fonction du diamètre qui est si favorable à la transmission de signaux à large bande.

La présente invention a pour but la fabrication continue de préformes par projection axiale de la silice produite ou fondue dans un chalumeau à plasma sur un mandrin de départ, tout en permettant l'obtention d'un profil d'indice de forme parabolique ou semi-parabolique, pour réduire la distorsion des signaux transmis.

Le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'on introduit entre au moins trois paires d'électrodes d'au moins un chalumeau à plasma.

- a/ entre les électrodes d'une première paire un mélange d'un composé hydrolysable du silicium, d'un gaz rare et d'un gaz oxydant,
- b/ entre les électrodes d'une deuxième paire un mélange d'un composé hydrolysable du silicium, d'un composé hydrolysable d'un élément dopant réduisant ou
- 5 augmentant l'indice de réfraction de la silice solide formée par hydrolyse du composé du silicium et dépôt sur un mandrin réfractaire, d'un gaz rare et d'un gaz oxydant,
- c/ entre les électrodes d'une troisième paire, un mélange d'un composé hydrolysable du silicium, d'un composé hydrolysable d'un élément dopant réduisant
- 10 ou augmentant l'indice de réfraction de la silice formée par hydrolyse du composé du silicium et dépôt sur un mandrin réfractaire, d'un gaz rare et d'un gaz oxydant,
- la nature ou la proportion de composé hydrolysable de l'élément dopant introduit respectivement entre les électrodes de la deuxième paire et de la troisième
- 15 paire et la disposition relative des trois paires d'électrodes étant telles que l'on obtienne dans une zone axiale du dépôt sur le substrat solide un dépôt à base de silice d'indice de réfraction relativement élevé, dans une zone intermédiaire un dépôt à base de silice d'indice de réfraction moyen plus faible et dans une zone externe un dépôt à base de silice d'indice
- 20 de réfraction moyen encore plus faible,
- et en ce que l'on dépose sur ledit mandrin réfractaire, suffisamment éloigné des paires d'électrodes pour que les plasmas issus des intervalles entre celles-ci se mélangent partiellement, et s'éloignant progressivement desdites paires d'électrodes, la silice éventuellement chargée d'élément dopant issue
- 25 de chacune desdites paires d'électrodes.

Il comporte en outre de préférence au moins l'une des caractéristiques suivantes :

- le chalumeau à plasma est à électrodes multiples coaxiales, et le mandrin réfractaire est circulaire et coaxial au chalumeau .
- 30 - l'on utilise trois chalumeaux à plasma adjacents, et le mandrin réfractaire est un mandrin conique rotatif autour de son axe et de demi-angle de sommet complémentaire de l'angle commun des axes des chalumeaux avec son axe de rotation.
- l'on fait passer les plasmas issus desdites paires d'électrodes
- 35 à travers un champ électromagnétique à haute fréquence.

Il est décrit ci-après, à titre d'exemples et en référence aux figures du dessin annexé, des procédés et dispositifs de fabrication de préformes de fibres optiques à gradient d'indice de forme parabolique selon l'invention,

dans lesquels l'élément dopant est du bore, qui abaisse l'indice de réfraction de la silice.

Dans une variante de l'invention, représentée dans la figure 1, un chalumeau à plasma 10 comporte plusieurs électrodes concentriques 11, 12, 13 et 14, isolées électriquement les unes des autres et reliées à des tubulures externes telles que 15, 16, 17 et à des sources de potentiel continu ou alternatif telles qu'un arc puisse se produire entre deux électrodes adjacentes.

On fait arriver entre les électrodes centrales 11 et 12 un mélange d'oxygène, de tétrachlorure de silicium et d'un gaz neutre (argon ou hélium). Ce mélange est ionisé par l'arc et, du fait de la pression des gaz, une flamme chargée de poudre de silice sort par l'orifice entre les électrodes. On envoie de même, entre les électrodes médianes 12 et 13 un mélange d'oxygène, de tétrachlorure de silicium, de gaz neutre et de trichlorure de bore BCl_3 , qui se transforme en oxyde de bore dont le mélange à la silice fondue a pour effet de diminuer son indice de réfraction. On envoie également entre les électrodes externes 13 et 14 un mélange d'oxygène, de tétrachlorure de silicium, de gaz neutre et de trichlorure de bore, ce dernier étant toutefois en proportion plus forte que dans l'espace annulaire entre les électrodes médianes 12 et 13. Dans leurs trajets à la sortie des électrodes, les flammes concentriques se mélangent partiellement, de sorte qu'il se forme une variation quasi continue de concentration de l'élément dopant (ici l'oxyde de bore) quant on s'écarte de l'axe de la flamme vers sa périphérie.

La poudre de silice fondue, plus ou moins chargée en oxyde de bore, vient se déposer sur un mandrin de départ 18 tournant ou non autour de son axe 19 et présentant une face plane tournée vers la flamme ; ce mandrin de départ peut être soit en silice, soit en graphite ou en platine, de manière à résister à la chaleur provenant du chalumeau multiple à plasma. Ce mandrin est mu d'un mouvement de translation axial, de manière à s'éloigner de l'embouchure du chalumeau au fur et à mesure que le dépôt de silice plus ou moins dopée s'épaissit. On concevra qu'en ajustant les débits de gaz halogénés admis dans les différents espaces annulaires, et en profitant de l'interpénétration des gaz chauds entre flammes concentriques, il soit possible de produire un dépôt de silice et d'oxyde de bore sous forme d'un barreau dont l'indice de réfraction croisse en allant du centre vers la périphérie suivant une loi aussi voisine que possible d'une forme parabolique ou semi-parabolique de la forme :

$$n = n_0 \left[1 - \Delta \left(\frac{r}{a} \right)^\alpha \right] \quad \text{l'exposant } \alpha \text{ étant voisin de 2.}$$

Dans une variante particulière de l'invention, représentée dans la

figure 2, les flammes chargées de poudre de silice plus ou moins dopée sortant des différents espaces annulaires entre électrodes d'un chalumeau à plasma tel que celui de la figure 1, passent dans une spire 19A établissant un champ électromagnétique à la fréquence de quelques mégahertz, ce qui a pour effet de renforcer l'ionisation des gaz en élevant leur température et, par là-même, de favoriser la formation de silice et d'oxyde de bore à partir des composés halogénés gazeux de départ.

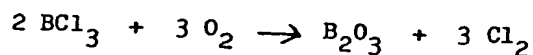
Dans une autre variante de l'invention, représentée dans la figure 3, ce sont plusieurs chalumeaux à plasma tels que 20, 21, 22 formés chacun de deux électrodes annulaires entre lesquelles des tubulures 23, 24, 25 permettent d'amener des mélanges gazeux d'oxygène, de tétrachlorure de silicium, de gaz inerte et de quantités croissantes de trichlorure de bore BCl_3 . Les axes des trois chalumeaux disposés côte à côte sont inclinés d'un angle θ par rapport à l'axe 26 du mandrin tournant 27. Ce mandrin tournant présente une face effilée 28 en forme de cône tournée vers les sorties des chalumeaux à plasma, de sorte que, au fur et à mesure de la progression des dépôts, ce sont les couches les plus proches de l'axe qui sont déposées les premières par le chalumeau 20, tandis que le chalumeau 21 dépose les couches intermédiaires et le chalumeau 22 les couches externes, la teneur en oxyde de bore de la silice déposée allant croissant de l'axe vers la périphérie. En faisant varier les distances entre chalumeaux, les teneurs en trichlorure de bore admis dans les tubulures 24 et 25, et la valeur de l'angle θ , il sera possible de faire varier l'indice de réfraction de la matière déposée sur le mandrin 27 au fur et à mesure de son mouvement de translation de manière que cet indice suive une loi continue parabolique ou semi-parabolique en fonction de la distance du point considéré par rapport à l'axe du mandrin.

Si chaque chalumeau dépose une épaisseur "de" de silice ou de silice dopée durant le temps dt, la vitesse de translation du mandrin dans le sens de l'axe sera :

$$v = \frac{1}{\sin \theta} \frac{de}{dt}$$

et la distance extrême rapportée à l'axe de rotation entre les zones actives des flammes des chalumeaux à plasma sera :

$$d = \frac{a}{\tan \theta} \quad \text{a étant le rayon que l'on veut donner au barreau de silice formé par le dépôt. En admettant que le rendement de la réaction}$$



soit linéaire avec la concentration de trichlorure de bore admis dans les

tubulaires des chalumeaux, les concentrations de BCl_3 devront être dans les rapports 1, 2 et 8 dans les arrivées aux chalumeaux 20, 21 et 22, si l'on veut que le profil d'indice obtenu soit parabolique (on admet pour cela que la variation d'indice est sensiblement linéaire avec la concentration en oxyde de bore de la silice déposée).

5 Comme pour le chalumeau à plasma à électrodes multiples, on peut également renforcer l'ionisation des gaz du plasma et favoriser la formation de silice et d'oxyde de bore en élevant leur température à l'aide de spires 29, 30, 31 (figure 4) établissant à leur intérieur des champs électromagnétiques
10 de fréquence de quelques mégahertz.

Bien entendu, la composition des agents dopants incorporés à la silice (ici l'oxyde de bore) n'a été donnée qu'à titre d'exemple ; on pouvait tout aussi bien utiliser du trichlorure de phosphore PCl_3 , de l'oxychlorure de phosphore POCl_3 , ou bien du tétrachlorure de germanium, ajoutés aux mélanges gazeux introduits dans les différents chalumeaux à plasma, sans sortir du
15 cadre de la présente invention.

Il sera même recommandé, dans le cas de dopants particulièrement volatils sous l'action de la chaleur, comme l'oxyde de germanium GeO_2 , de faire arriver ceux-ci ainsi que la silice sous forme de poudres très fines dans les tubulaires d'amenée aux chalumeaux, et de prévoir un moyen d'évacuation de la chaleur
20 apportée au mandrin, comme par exemple, un jet d'air comprimé placé à la suite des différents chalumeaux de manière à refroidir les dépôts obtenus au fur et à mesure de l'avancement du mandrin.

Par ailleurs, si l'on utilise un élément dopant qui augmente l'indice de réfraction de la silice, on fait arriver le mélange gazeux le plus riche en élément dopant sur la zone axiale du support de dépôt de la silice, et le mélange gazeux exempt d'élément dopant dans la zone externe.

On peut utiliser à la fois un élément dopant abaisseur d'indice de la silice et un élément dopant augmentant l'indice, tel que le germanium
30 ou le titane.

Bien que les variantes de réalisation du procédé et du dispositif de l'invention qui viennent d'être décrites en référence aux figures paraissent préférables, on comprendra que diverses modifications peuvent leur être apportées sans sortir du cadre de l'invention.

REVENDEICATIONS

- 1/ Procédé de fabrication de préformes de fibres optiques à gradient d'indice caractérisé en ce que l'on introduit entre au moins trois paires d'électrodes d'au moins un chalumeau à plasma :
- 5 a/ entre les électrodes (11, 12) d'une première paire, un mélange d'un composé hydrolysable du silicium, d'un gaz rare et d'un gaz oxydant,
b/ entre les électrodes (12, 13) d'une deuxième paire, un mélange d'un composé hydrolysable du silicium, d'un composé hydrolysable d'un élément dopant réduisant ou augmentant l'indice de réfraction de la silice solide formée
10 par hydrolyse du composé du silicium et dépôt sur un mandrin réfractaire (18), d'un gaz rare et d'un gaz oxydant,
c/ entre les électrodes (13, 14) d'une troisième paire, un mélange d'un composé hydrolysable du silicium, d'un composé hydrolysable d'un élément dopant réduisant ou augmentant l'indice de réfraction de la silice formée
15 par hydrolyse du composé du silicium et dépôt sur un mandrin réfractaire, d'un gaz rare et d'un oxydant,
la nature ou la proportion de composé hydrolyse de l'élément dopant introduit respectivement entre les électrodes de la deuxième paire et de la troisième paire et la disposition relative des trois paires d'électrodes étant telles
20 que l'on obtienne dans une zone axiale du dépôt sur le substrat solide un dépôt à base de silice d'indice de réfraction relativement élevé, dans une zone intermédiaire un dépôt à base de silice d'indice de réfraction moyen plus faible et dans une zone externe un dépôt à base de silice d'indice de réfraction moyen encore plus faible,
25 et en ce que l'on dépose sur ledit mandrin réfractaire, suffisamment éloigné des paires d'électrodes pour que les plasmas issus des intervalles entre celles-ci se mélangent partiellement, et s'éloignant progressivement desdites paires d'électrodes, la silice éventuellement chargée d'élément dopant issue de chacune desdites paires d'électrodes (figure 1).
- 30 2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le chalumeau à plasma (10) est à électrodes multiples coaxiales, et en ce que le mandrin réfractaire est circulaire et coaxial au chalumeau (figure 1).
- 3/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise trois chalumeaux à plasma adjacents (20, 21, 22), et en ce que le mandrin
35 réfractaire (27) est un mandrin conique rotatif autour de son axe et de demi-angle de sommet complémentaire de l'angle commun des axes des chalumeaux avec son axe de rotation.
- 4/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on fait passer les plasmas issus desdites paires d'électrodes à travers un
40 champ électromagnétique à haute fréquence (19A, figure 2).

- 5/ Dispositif de mise en oeuvre du procédé selon la revendication 2, caracté-
risé en ce qu'il comprend un chalumeau à plasma à 4 électrodes coaxiales (11,
12, 13, 14), des organes (15, 16, 17) d'introduction dans les intervalles
entre chaque paire d'électrodes de mélanges gazeux, contenant un composé
5 hydrolysable de la silice et éventuellement un composé hydrolysable d'un
élément dopant, des circuits électriques pour engendrer des plasmas à partir
de chacun desdits mélanges gazeux, et un substrat solide circulaire réfractaire
(18) coaxial au chalumeau à plasma et muni de moyens de translation l'éloignant
dudit chalumeau à une vitesse égale à la vitesse de dépôt de la silice.
- 10 6/ Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'il comprend
en outre un bobinage (19A) d'établissement d'un champ électrique de fréquence
de quelques mégahertz, coaxial au chalumeau à plasma et au mandrin réfractaire
et disposé entre ceux-ci.
- 7/ Dispositif de mise en oeuvre du procédé selon la revendication 3, caractérisé
15 en ce qu'il comprend trois chalumeaux à plasma identiques disposés en paral-
lèle (20, 21, 22), des organes (23, 24, 25) d'introduction entre les électrodes
de chacun des chalumeaux à plasma de mélanges gazeux contenant un composé
hydrolysable de la silice et éventuellement un composé hydrolysable d'un
élément dopant, un mandrin conique rotatif (27) d'angle au sommet faible
20 et faisant avec les axes des chalumeaux à plasma un angle complémentaire
de son demi-angle au sommet, et des moyens imprimant au mandrin conique
une translation selon son axe (26) faisant passer la zone de son sommet
initial successivement devant les axes des trois chalumeaux à plasma à une
vitesse assurant un dépôt d'épaisseur uniforme de silice ou de silice dopée
25 sur sa surface externe.

FIG.1

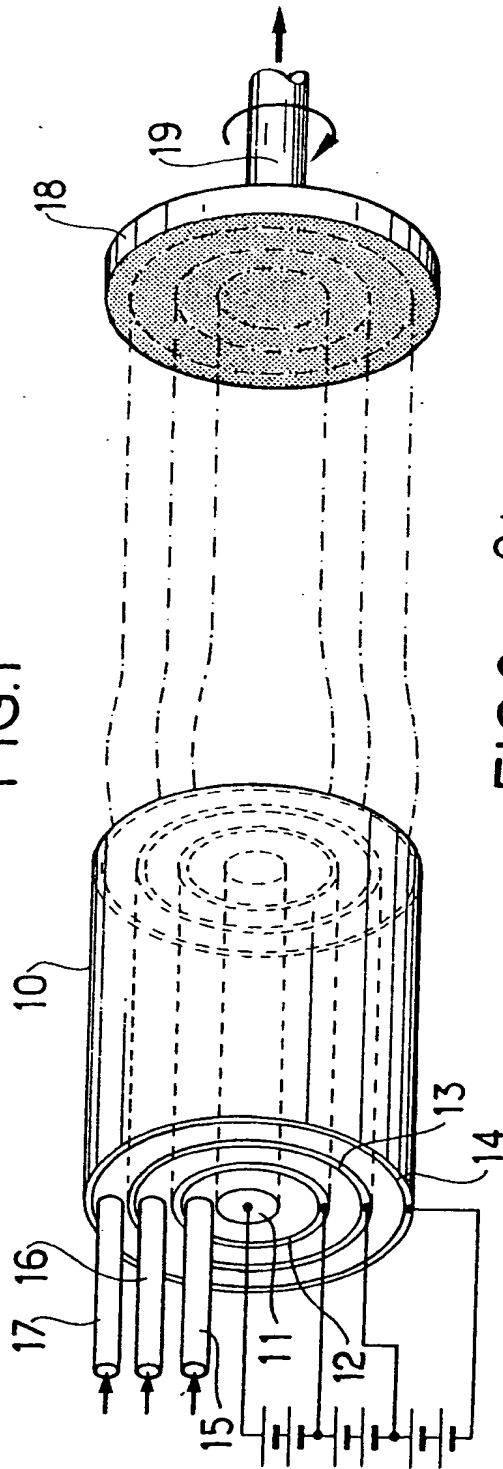
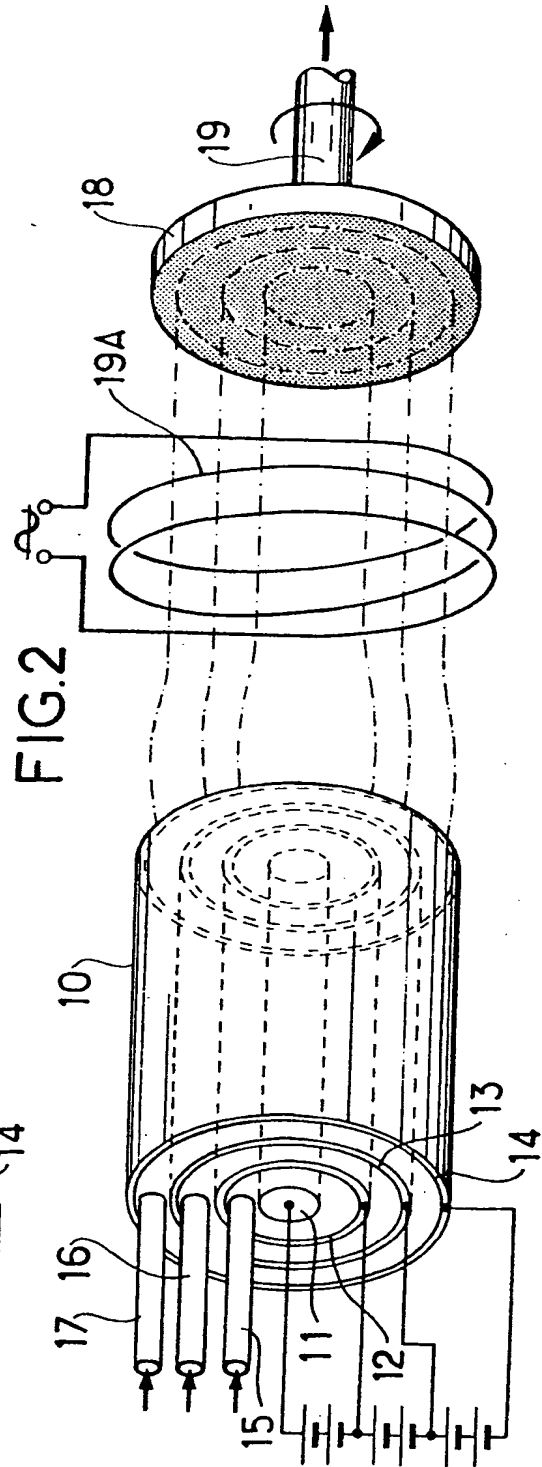


FIG.2



PL. II - 2

